

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-092265

(43)Date of publication of application : 06.04.1999

(51)Int.Cl. C06D 5/00
C06B 31/28
// B60R 21/26

(21)Application number : 09-248905

(71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 12.09.1997

(72)Inventor : GO KENSHIYUU
MATSUOKA KAZUYUKI

(54) GAS GENERATING AGENT COMPOSITION FOR AIR BAG

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a gas generating agent composition capable of readily handling, excellent in combustion efficiency and gas generating efficiency and reduced in residue producing amount in combustion by including carbon black or activated carbon and a phase-stabilized ammonium nitrate as essential components and as necessary further including an organic polymer-based binder, a molding auxiliary and a catalyst for reducing produced poisonous gas.

SOLUTION: This gas generating agent composition consists essentially of 0.5-14 wt.% carbon black or activated carbon powder having 10-5,000 m²/g specific surface area and 70-95 wt.% ammonium nitrate phase-stabilized by adding 1-15 wt.% at least one kind of compound such as potassium perchlorate, potassium nitrate or potassium chlorate to ammonium nitrate and as necessary, further contains □12 wt.% organic polymer binder, □2 wt.% molding auxiliary such as calcium (magnesium) stearate and □2 wt.% catalyst for reducing poisonous produced gas such as copper oxide, iron oxide or zinc oxide.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-92265

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月6日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 6 D 5/00

C 0 6 D 5/00

Z

C 0 6 B 31/28

C 0 6 B 31/28

// B 6 0 R 21/26

B 6 0 R 21/26

審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-248905

(22) 出願日 平成9年(1997) 9月12日

(71) 出願人 000002901

ダイセル化学工業株式会社
大阪府堺市鉄砲町1番地

(72) 発明者 呉 建洲

兵庫県姫路市網干区余子浜1903-3

(72) 発明者 松岡 一之

奈良県北葛城郡上牧町米山台3-4-16

(74) 代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54) 【発明の名称】 エアバッグ用ガス発生剤組成物

(57) 【要約】

【課題】 低毒性かつ危険性が少なく取り扱いが容易であり、燃焼効率及びガス発生効率に優れて、燃焼時に残渣生成量が少ないガス発生剤組成物を提供する。

【解決手段】 (a) カーボンブラック又は活性炭粉末、及び (b) 相安定化硝酸アンモニウムを必須成分として含有し、任意成分として (c) 有機高分子系バインダ、(d) 滑剤等の成形助剤、(e) 一酸化炭素と窒素酸化物等有害生成ガスを低減する触媒を含有する自動車における乗員保護装置としてのエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の(a)成分及び(b)成分を必須成分として含有することを特徴とするエアバッグ用ガス発生剤組成物。

(a) カーボンブラック又は活性炭粉末

(b) 相安定化硝酸アンモニウム

【請求項2】 (a)成分の含有量が0.5～14重量%、(b)成分の含有量が70～95重量%である請求項1記載のガス発生剤組成物。

【請求項3】 更に、下記(c)成分、(d)及び(e)成分からなる群から選ばれる1種又は2種以上を含有する請求項1記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物。

(c) 有機高分子系バインダ

(d) 成形助剤

(e) 有害生成ガスを低減する触媒

【請求項4】 (a)成分の含有量が0.5～14重量%、(b)成分の含有量が70～95重量%、(c)成分の含有量が12重量%以下、(d)成分の含有量が2重量%以下、(e)成分の含有量が2重量%以下である請求項3記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項5】 (a)成分のカーボンブラック又は活性炭粉末の比表面積が10～5000m²/gである請求項1～4のいずれか一項記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項6】 (b)成分が、過塩素酸カリウム、硝酸カリウム、塩素酸カリウム、亜硝酸カリウム、蔞酸カリウム、塩化カリウムから選ばれる少なくとも1種のカリウム塩により相安定化された硝酸アンモニウムである請求項1～5のいずれか一項記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項7】 (c)成分の有機高分子バインダがセルロース系高分子、ポリアクリル系高分子、ポリビニル系高分子、ポリエステル系高分子、及びポリウレタン系高分子からなる群から選ばれる少なくとも1種である請求項3～6のいずれか一項記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項8】 (d)成分の成形助剤が、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、二硫化モリブデンから選ばれる少なくとも1種である請求項3～7のいずれか一項記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項9】 (e)成分の有害生成ガスを低減する触媒が、酸化銅、酸化鉄、酸化亜鉛、酸化コバルトまたは酸化マンガンから選ばれる少なくとも1種である請求項3～8のいずれか一項記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項10】 (a)成分として比表面積500～4000g/m²のカーボンブラック又は活性炭粉末5～10重量%、(b)成分として過塩素酸カリウム又は硝酸カリウムにより相安定化された硝酸アンモニウム90～95重量%

を含有するエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項11】 (a)成分として比表面積500～4000g/m²のカーボンブラック又は活性炭粉末4～9重量%、(b)成分として過塩素酸カリウム又は硝酸カリウムにより相安定化された硝酸アンモニウム90～95重量%、(c)成分として酢酸セルロース1～5重量%を含有するエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項12】 (a)成分として比表面積500～4000g/m²のカーボンブラック又は活性炭粉末3～9.5重量%、(b)成分として過塩素酸カリウム又は硝酸カリウムにより相安定化された硝酸アンモニウム90～95重量%、(c)成分としてポリアクリルアミド0.5～7重量%を含有するエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項13】 (a)成分として比表面積500～4000g/m²のカーボンブラック又は活性炭粉末2～9.6重量%、(b)成分として過塩素酸カリウム又は硝酸カリウムにより相安定化された硝酸アンモニウム90～95重量%、(d)成分としてステアリン酸カルシウム0.1～1.0重量%、(e)成分として有害生成ガスを低減する触媒0.3～2.0重量%を含有するエアバッグ用ガス発生剤組成物。

【請求項14】 請求項1～13のいずれか一項に記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物を押出成型して単孔円柱状または多孔円柱状としたガス発生剤組成物成型体。

【請求項15】 請求項1～13のいずれか一項に記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物を圧縮成型してペレット形状としたガス発生剤組成物成型体。

【請求項16】 硝酸アンモニウムと過塩素酸カリウム、もしくは、硝酸アンモニウムと硝酸カリウムを水に溶解して、その溶液にカーボンブラック又は活性炭粉末を加えて混合し、この湿ったガス発生剤混合物を乾燥させ、粉碎したガス発生剤混合物の粉末を、打錠機によりペレットに成型するガス発生剤組成物成型体の製造方法。

【請求項17】 請求項1～13のいずれか一項に記載のエアバッグ用ガス発生剤組成物、または請求項14若しくは15記載のガス発生剤成型体を用いるエアバッグ用インフレーター。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、自動車のエアバッグ拘束システムに適するガス発生剤組成物及びその成型体に関し、特に比表面積の大きいカーボンブラックあるいは活性炭粉末から成る燃料と、相安定化した硝酸アンモニウム系酸化剤とをベースにして、必要に応じて他の添加剤を添加してなるガス発生剤組成物及びその成型体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 自動車における乗員保護装置としてのエアバッグ用ガス発生剤としては、従来からアジ化ナトリ

ウムを用いた組成物が多用されてきた。しかし、近年、アジ化ナトリウムの取扱い時の危険性等が問題視されてきている。そこでこれに替わるより安全ないわゆる非アジド系ガス発生剤組成物として各種の含窒素有機化合物を含むガス発生剤組成物が開発されている。

【0003】たとえば、米国特許4,909,549号には水素を含むテトラゾール、トリアゾール化合物と酸素含有酸化剤との組成物が、米国特許4,369,079号には水素を含まないピテトラゾールの金属塩と酸素含有酸化剤との組成物が、また特開平6-239683号にはカルボヒドラジドと酸素含有酸化剤との組成物が開示されている。

【0004】これらの非アジドガス発生剤組成物のほとんどはテトラゾール、ピテトラゾールの金属塩、トリアゾール、カルボヒドラジド等低分子含窒素有機化合物燃料と、硝酸カリウム、硝酸ストロンチウム、過塩素酸カリウム等の酸化剤とから構成されるものである。

【0005】米国特許5,545,272号には7~20重量%のカリウム塩で相安定化された硝酸アンモニウムとニトログアニジンとのガス発生剤組成物が開示されている。WO96/27574には、ニトログアニジンと、相安定化硝酸アンモニウムと、ゴム状バインダとの組成物のガス発生剤が開示されている。

【0006】特開平7-330477号にはアクリレート末端ポリブタジエン、ポリブタジエンポリカルボン酸、エポキシ変性ポリブタジエンと硬化剤と酸化剤とのガス発生剤組成物が開示されている。特開平6-92770号には、アジド基を発生する有機結合剤、活性可塑剤及び酸化充填剤を特に含んでなる、結合材がヒドロキノシル基を含むポリグリシジルアジドと少なくとも1種のポリイソシアネートとの反応生成物からなり、酸化充填剤の少なくとも85重量%が硝酸アンモニウムからなることを特徴とするガス発生剤組成物が開示されている。

【0007】さらに、EP699645には、アジ化ナトリウムと酸化鉄、硝酸アンモニウムと燃料、硝酸アンモニウムとカーボンブラック、硝酸カリウムとカーボンと硫黄等の発熱性反応物の組成物の製造法が開示されている。米国特許第3,698,191号には、有機バインダとカーボンと硝酸塩とのハイブリッドロケットの推進薬が開示されている。米国特許第3,720,553号には、硝酸アンモニウムとフェノキシ樹脂にカーボンを添加する推進薬が開示されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記のアジド系、もしくは硝酸アンモニウムを使わない非アジドガス発生剤はガス発生効率が低く、アジド系ガス発生剤の100gあたりのガス発生量が1.5モル以下、硝酸アンモニウムを使わない非アジドガス発生剤の100gあたりのガス発生量が2.5モル以下で、また燃焼時に大量の残渣を生成する。燃焼時に生成した残渣がそのままインフ

レータから放出すると、該残渣はバッグに損傷を与えるおそれもある。

【0009】このため、燃焼残渣をインフレーションからできるだけ放出しないために、大量のフィルターをインフレーションに詰めることが必要となるが、大量のフィルターはインフレーションの小型化、軽量化を阻害し、インフレーションの製造コストを高くする。

【0010】また、前記の米国特許5,545,272号とWO96/27574に開示されていた相安定化硝酸アンモニウムとニトログアニジンとのガス発生剤組成物はガス発生効率が高くなり、残渣生成量が少ないが、相安定化硝酸アンモニウムとニトログアニジンが低共融物を生成し、その組成物の融解温度が120℃以下で、インフレーション製造時の溶接工程でガス発生剤が溶ける恐れがあること、起爆感度が高くガス発生剤製造上の安全性に問題があること、燃焼速度が低いこと(70kg/cm²の圧力で燃焼速度が10mm/sec以下)等の欠点がある。

【0011】また、従来アジドポリマなどとエネルギーバインダと硝酸アンモニウムあるいは相安定化硝酸アンモニウムを利用し、残渣生成量が少ないガス発生剤も開示されているが(例えば、EP705809)、これらのガス発生剤は燃焼時に大量の有毒な一酸化炭素を生成し、かつ燃焼速度が低いので、ロケット推進薬に適合される可能性はあるが、単純に自動車エアバッグ用ガス発生剤組成物への応用することは困難である。

【0012】また前述のEP699645には硝酸アンモニウムとカーボンの組成物の製造法が開示されているが、硝酸アンモニウムがいくつかの相転移点を持ち、組成物の使用温度の範囲で大きな体積変化があるので、その成型体が安定して存在できず、燃焼が不安定である。また、硝酸アンモニウムと有機バインダとカーボンの推進薬組成物は、硝酸アンモニウムの相転移の問題が存在するだけでなく、大量の有機バインダを加えるので、燃焼速度が低く、燃焼ガスに大量の有毒な一酸化炭素を含むので、自動車エアバッグには適用できない。

【0013】本発明の課題は低毒性かつ危険性が少なく取り扱いが容易であり、燃焼効率及びガス発生効率に優れた、燃焼時に残渣生成量の少ない、燃焼速度が速いエアバッグ用ガス発生剤組成物を提供することにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、燃焼時に残渣を生成しない、もしくは残渣生成量が少ないカーボンブラックあるいは活性炭粉末と、相安定化した硝酸アンモニウムとの組成物に着目し、その燃焼性、安全性、実用性等に関して鋭意研究を重ね、カーボンブラックあるいは活性炭粉末と、相安定化した硝酸アンモニウムとのガス発生剤組成物、さらに必要に応じて有機系高分子バインダ、成型助剤及び燃焼生成ガスの一酸化炭素、窒素酸化物を低減するための触媒を添加したガス発生剤組成物が上記課題を解決した実用的なエアバッグ用ガス発

生剤組成物であることを見だし、本発明を完成するに至った。

【0015】即ち本発明は、下記(a)成分、(b)成分を必須成分として含有し、更に必要に応じて下記

(c)成分、(d)成分及び(e)成分からなる群から選ばれる1種又は2種以上を含有することを特徴とするエアバッグ用ガス発生剤組成物を提供するものである。

【0016】(a)カーボンブラックあるいは活性炭粉末

(b)相安定化硝酸アンモニウム

(c)有機高分子系バインダ

(d)滑剤等の成形助剤

(e)有害生成ガスを低減する触媒

また本発明は、上記のガス発生剤組成物を押出成型して得られる、単孔円柱状または多孔円柱状のガス発生剤組成物成型体、上記ガス発生剤組成物を圧縮成型して得られる、ペレット形状のガス発生剤組成物成型体をも提供するものである。

【0017】さらに本発明は、上記のガス発生剤組成物、またはガス発生剤組成物成型体を用いる自動車エアバッグ用インフレーターをも提供する。

【0018】

【発明の実施の形態】本発明に用いられる(a)成分のカーボンブラックあるいは活性炭粉末はガス発生剤組成物中で燃料の役割と燃焼速度促進剤の役割を果たす。本発明者らは、比表面積の大きいカーボンブラック又は活性炭粉末が硝酸アンモニウムの高温分解を著しく促進し、相安定化した硝酸アンモニウムとの組成物とした場合に、その燃焼速度が、従来の低分子含窒素有機化合物と相安定化した硝酸アンモニウムとの組成物に比べ、著しく大きいことを発見した。即ち、本発明のガス発生剤組成物では、例えばニトログアニジン、アミノテトラゾール、硝酸トリアミノグアニジン等の低分子含窒素有機化合物を使用せず、従来の硝酸アンモニウム系ガス発生剤及び推進薬の燃焼速度が低いという問題を解決している。

【0019】また本発明のガス発生剤組成物の必須成分であるカーボンブラック又は活性炭粉末は、空気中でも400℃以上加熱されても分解しないので、熱安定性が優れている。さらに、カーボンブラック又は活性炭粉末と硝酸アンモニウムは低共融物を生成しないので、インフレータの製造時の溶接工程でガス発生剤が融解する恐れがない。

【0020】本発明のガス発生剤組成物中のカーボンブラック又は活性炭粉末の比表面積は10~5000m²/gのものが用いられ、50~4000m²/gが好ましく、500~3500m²/gがより好ましい。

【0021】本発明のガス発生剤組成物中のカーボンブラック又は活性炭粉末の粒度は、小さすぎると、カーボンブラック又は活性炭粉末の製造が困難だけでなく、

ガス発生剤製造時に粉末飛散の恐れがあり、大きすぎると、ガス発生剤に対する燃焼促進効果が少なくなり、不完全燃焼の可能性が高くなるので、1~500ミクロンのものが用いられ、1~200ミクロンが好ましく、1~100ミクロンがより好ましい。

【0022】また、本発明のガス発生剤組成物中の

(a)成分の含有量については、酸素バランスから考えると、有機高分子バインダを多く添加すれば少量でも良く、有機高分子バインダを添加しなければ、組成物の酸素バランスがゼロ又はゼロに近い組成まで含有しなければならない。そこで、その含有量は0.5~14重量%が好ましく、5~10重量%がより好ましい。

【0023】本発明のガス発生剤組成物に用いられる

(b)成分の酸化剤は相安定化した硝酸アンモニウムである。硝酸アンモニウムは窒素、酸素、水素により構成されるので、燃焼時に固形残渣を生成しないが、-18℃、32.1℃、84.2℃、125.2℃に相転移点があり、この相転移に伴い体積変化が起こる。相安定化していない硝酸アンモニウムを大量に用いるガス発生剤は、この体積変化のため、ガス発生装置を正常に作動させることができない。

【0024】そこで従来の硝酸アンモニウム系推進薬の場合は、硝酸アンモニウムの相転移に基づく不安定燃焼を避けるため、大量の有機高分子バインダを使用している。しかし、大量の有機バインダを使った場合、酸素バランスが大きくマイナス側になり、燃焼時に大量の有毒な一酸化炭素を生成するので、エアバッグガス発生剤としては適用できない。

【0025】本発明では硝酸アンモニウムの相転移の問題を解決するために、相安定化した硝酸アンモニウムを使用する。硝酸アンモニウムの相安定化の方法は公知である。1つの周知の方法は、硝酸アンモニウムにカリウム塩を加えることである。本発明は、硝酸アンモニウムに少量の過塩素酸カリウム、硝酸カリウム、塩素酸カリウム、亜硝酸カリウム、塩化カリウム、リン酸カリウムを加えた相安定化した硝酸アンモニウムが好ましく、カリウム塩の熱安定性、酸化能力等から考えると、過塩素酸カリウムあるいは硝酸カリウムで相安定化した硝酸アンモニウムがより好ましい。これらのカリウム塩の硝酸アンモニウムへの添加量については、1~30重量%が好ましいが、添加量が多くなると、ガス発生剤の燃焼後生成した酸化カリウム、炭酸カリウム、塩化カリウム等の固形残渣も多くなるため、1~15重量%がより好ましい。

【0026】本発明のガス発生剤組成物中の(b)成分の含有量は組成物の酸素バランスをゼロ又はゼロに近くすることから考えると、70~95重量%が好ましく、80~95重量%がより好ましい。

【0027】本発明のガス発生剤組成物は、(a)成分と(b)成分の2成分を乾式あるいは湿式で混合し、その混合物を打錠して、ペレット状で使っても良い。例え

10

20

30

40

50

ば、硝酸アンモニウムと過塩素酸カリウム、もしくは、硝酸アンモニウムと硝酸カリウムを水に溶解して、その溶液にカーボンブラック又は活性炭粉末を加えて混合し、この湿ったガス発生剤混合物を乾燥させ、粉碎し、ガス発生剤混合物の粉末を得る。この粉末を打錠機によりペレットに成型し、これらのペレットをインフレーターに詰めて使用する。しかし、その成型性をもっと優れたものとする為には、有機高分子バインダを添加しても良い。

【0028】有機高分子バインダについては、セルロース系高分子、ポリアクリル系高分子、ポリビニル系高分子、ポリエステル系高分子、ポリウレタン系高分子等の中から選ばれ、具体的には酢酸セルロース、ポリアクリルアミド、ポリアクリルアミド・ポリアクリル酸金属塩の共重合物等が挙げられる。

【0029】大量の有機高分子バインダを添加すると、ガス発生剤組成物は燃焼速度が低くなり、酸素バランスがマイナスになるので、その添加量は低いレベルであることが望ましい。本発明の組成物では、有機高分子バインダの量は12重量%以下であることが好ましい。

【0030】また、成型をよりスムーズにするために、(d)成分の成型助剤を添加しても良い。成型助剤はステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、二硫化モリブデン等が挙げられる。

【0031】しかし、これらの成型助剤を大量に含有させると、ガス発生剤の燃焼性能、燃焼ガスに悪影響する恐れがあるので、その添加はできるだけ少量にすることが望ましい。従って本発明のガス発生剤組成物中の

(d)成分の含有量は2重量%以下が好ましく、1重量%以下がより好ましい。

【0032】さらに、本発明は燃焼後に一酸化炭素と窒素酸化物等の有害生成ガスを効果的に低減するために、

(e)成分の燃焼触媒を添加しても良い。燃焼触媒は、酸化銅、酸化鉄、酸化亜鉛、酸化コバルトまたは酸化マンガン等が挙げられる。

【0033】これらの燃焼触媒は、一酸化炭素と窒素酸化物等の有害生成ガスを効果的に低減することができるが、燃焼により生じる固形残渣を増やすので、その含有量はできるだけ少量とすることが好ましい。そこで、本発明のガス発生剤組成物中の(e)成分の含有量は2重量%以下が好ましく、1重量%以下がより好ましい。

【0034】本発明のガス発生剤組成物として特に好ましいものは、(a)成分として5~10重量%の比表面積500~4000 g/m²のカーボンブラック、(b)成分として90~95重量%の過塩素酸カリウム、硝酸カリウムにより相安定化された硝酸アンモニウムを含有するものである。

【0035】上記の本発明のガス発生剤組成物は、アジド系ガス発生剤に比べて単位重量当たりのガス発生効率を大幅に高めることができ、また、燃焼時に燃焼残渣の

生成量が少なく、ガス発生器(インフレーター)をより小型に設計し得る。本発明のガス発生剤組成物を用いて成型体を得るにあたっては、本発明のガス発生剤組成物に(c)成分の高分子化合物の種類に応じて水あるいは有機溶媒を添加し、均一に混合した後、押出成型して単孔円柱状または多孔円柱状の成型体を得るか、もしくは、打錠機等を用いてペレット状の成型体を得る。このような成型体にすることにより、ガス発生器(インフレーター)の充填に適した形態とすることができる。

10 【0036】本発明のガス発生剤組成物及びその成型体は運転席のエアバッグインフレーター、助手席のエアバッグインフレーター及びサイドインフレーターに適用でき、更にハイブリッドインフレーターにも適用できる。運転席のエアバッグインフレーターについては、本発明のガス発生剤組成物及びその成型体はガス発生効率が高く、残渣の生成量が少ないので、該残渣を濾過するフィルターを詰める(ハウジング内に収容させる)必要がなくなり、燃焼火災を外に出さない少量のクーラントだけ詰めればよい。これにより、運転席のエアバッグインフレーターは

20 本発明のガス発生剤組成物及びその成型体を使うと、燃焼室の容積が40cm³以下になり、外径が60mm以下で、高さが40mm以下のものとして設計することができる。ハイブリッドインフレーターについては、本発明のガス発生剤組成物及びその成型体は酸素バランスがゼロあるいはゼロに近いので、酸素を含まない圧縮ガスを使ってもよい。

【0037】

【実施例】以下実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。

30 【0038】(実施例1~12及び比較例1~2)表1に示す組成を有するガス発生剤組成物を調製し、その理論計算に基づく燃焼温度、発生ガス効率(100g組成物の発生ガスのモル数)、残渣の生成量(1モルガス発生時の常温での固形物残渣の生成グラム数)を表1に示した。明らかに、本発明のガス発生剤組成物はアジド系ガス発生剤とアミノテトラゾール系ガス発生剤に比べると、ガス発生効率が高くなり、残渣生成量が大幅に少なくなった。

40 【0039】表1中、Cはカーボンブラック又は活性炭粉末を、ANは硝酸アンモニウムを、そしてPSANは相安定化した硝酸アンモニウムを夫々指示する。又PSAN(AN/KClO₄)は硝酸アンモニウムと過塩素酸カリウムにより構成される相安定化した硝酸アンモニウムを示し、PSAN(AN/KNO₃)は硝酸アンモニウムと硝酸カリウムにより構成される相安定化した硝酸アンモニウムを示し、PAAはポリアクリルアミドを示す。また、表1中の組成比の欄には、各ガス発生剤組成物中に於けるカーボンブラック又は活性炭粉末、硝酸アンモニウム、過塩素酸カリウムあるいは硝酸カリウム

50

それぞれの重量%を示している。

*【表1】

【0040】

*

| | | ガス発生剤組成物 | 組 成 比 | 燃 焼 温 度 (K) | 発 生 ガ ス 効 率 | 残 渣 の 生 成 量 |
|-------------|----|--|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 実 施 例 | 1 | C/PSAN(AN/KClO ₄) | 7.3/88.7/4 | 2368 | 3.94 | 0.54 |
| | 2 | C/PSAN(AN/KClO ₄) | 7.6/85.4/7 | 2392 | 3.83 | 0.98 |
| | 3 | C/PSAN(AN/KClO ₄) | 7.6/82.1/10 | 2416 | 3.74 | 1.43 |
| | 4 | C/PSAN(AN/KClO ₄) | 8.2/78.8/13 | 2440 | 3.63 | 1.80 |
| | 5 | C/PSAN(AN/KNO ₃) | 7.2/88.8/4 | 2318 | 3.93 | 0.69 |
| | 6 | C/PSAN(AN/KNO ₃) | 7.5/85.5/7 | 2306 | 3.82 | 1.24 |
| | 7 | C/PSAN(AN/KNO ₃) | 7.7/82.3/10 | 2286 | 3.72 | 1.81 |
| | 8 | C/PSAN(AN/KClO ₄)/CuO | 7.6/84.9/7/0.5 | 2385 | 3.82 | 1.07 |
| | 9 | C/PSAN(AN/KClO ₄)/MnO ₂ | 7.6/84.9/7/0.5 | 2376 | 3.83 | 1.06 |
| | 10 | C/PSAN(AN/KClO ₄)/セロース | 6.6/84.4/7/2 | 2378 | 3.86 | 0.97 |
| | 11 | C/PSAN(AN/KClO ₄)/酢酸セロース | 6.5/84.5/7/2 | 2382 | 3.86 | 0.97 |
| | 12 | C/PSAN(AN/KClO ₄)/PAA | 6.1/84.7/7/2 | 2336 | 3.88 | 0.97 |
| 比 較 例 | 1 | アジ化ソーダ/CuO | 69/31 | 1374 | 1.59 | 35.14 |
| | 2 | 5アミノテトラゾール/KNO ₃ | 41/59 | 2115 | 2.40 | 16.33 |

【0041】（実施例13～16及び比較例3～4）表2に示す組成を有するガス発生剤組成物を調製し、日本工業規格（JIS）K4810-1979の火薬類性能試験法に基づいて該組成物の摩擦感度と落槌感度とを測定した。その結果を表2に示した。

【0042】表2中、C(CF9)が比表面積60m²/gのカーボンブラックで、C(MSC30)が窒素吸着法により求めた比表面積が3400m²/gの活性炭粉末で、C(1000)が窒素吸着法により求めた比表面積が1100m²/gの ※30

※活性炭粉末である。これらの結果により、カーボンブラック又は活性炭粉末とPSANとの組成物は摩擦感度が36kgf以上で鈍感で、落槌感度がPSANあるいは硝酸アンモニウムより鈍感である。また、カーボンブラック又は活性炭粉末の表面積が大きくなると、その組成物の落槌感度が鈍感になる。

【0043】

【表2】

| | | ガス発生剤組成物 | 組 成 比 | 摩 擦 感 度 kgf | 落 槌 感 度 cm |
|-------------|----|--------------------------------------|------------|----------------|---------------|
| 実 施 例 | 13 | C(CF9)/PSAN(AN/KClO ₄) | 7.8/84/8.2 | >36.0 | 30～40 |
| | 14 | C(MSC30)/PSAN(AN/KClO ₄) | 7.6/85.4/7 | >36.0 | 60～70 |
| | 15 | C(MSC30)/PSAN(AN/KNO ₃) | 7.5/85.5/7 | >36.0 | 80～90 |
| | 16 | C(1000)/PSAN(AN/KClO ₄) | 7.6/85.4/7 | >36.0 | 40～50 |
| 比 較 例 | 3 | AN | 100 | >36.0 | 20～30 |
| | 4 | PSAN(AN/KClO ₄) | 90/10 | >36.0 | 20～30 |

【0044】（実施例17～18及び比較例5～6）表3に示す組成を有するガス発生剤組成物を調製し、その融解温度、熱分解温度、TG（熱重量分析による）重量減少開始温度をTAS型示差熱分析装置（株式会社リガク製）で測定した。測定時の昇温速度は20℃/minで、測定雰囲気は窒素ガスで、測定時のサンプル量は1～3mgである。その結果を表3に示した。この結果により、カーボンブラック又は活性炭粉末と相安定化した硝酸ア

ンモニウムは低共融物を生成しない。また、カーボンブラック又は活性炭粉末の比表面積が大きくなると、組成物の熱分解温度が低くなるので、明らかに、比表面積の大きいカーボンブラック又は活性炭粉末が硝酸アンモニウムの分解を促進する。

【0045】

【表3】

| | | ガス発生剤組成物 | 組 成 比 | 融解温度 (℃) | 熱分解 温度 (℃) | TG重量 減少開始 温度 (℃) |
|-----|----|--------------------------------------|------------|-------------|------------------|---------------------------|
| 実施例 | 17 | C(CF9)/PSAN(AN/KC10 ₄) | 7.6/85.4/7 | 158 | 254 | 230 |
| | 18 | C(MSC30)/PSAN(AN/KC10 ₄) | 7.6/85.4/7 | 156 | 175 | 177 |
| 比較例 | 5 | AN | 100 | 169 | 281 | 216 |
| | 6 | NQ/PSAN(AN/KC10 ₄) | 40/54/6 | 118 | 227 | 239 |

【0046】(実施例19～26)表4に示す組成を有するガス発生剤組成物を調製し、その組成物をストランドに成型して、70kg/cm²圧力、窒素雰囲気下で燃焼速度を測定した。その結果を表4に示した。表4中、C(MSC25)が窒素吸着法により求めた比表面積2400m²/g活性炭粉末で、C(MSC20)が窒素吸着法により求*

*めた比表面積2020m²/g活性炭粉末である。表4により、比表面積の大きいカーボンブラック又は活性炭粉末と相安定化した硝酸アンモニウムとの組成物は高い燃焼速度を持っている。

【0047】

【表4】

| | | ガス発生剤組成物 | 組 成 比 | 燃焼速度 (mm/sec) |
|-----|----|--------------------------------------|-------------|------------------|
| 実施例 | 19 | C(CF9)/PSAN(AN/KC10 ₄) | 7.8/84/8.2 | 9.7 |
| | 20 | C(1000)/PSAN(AN/KC10 ₄) | 7.6/85.4/7 | 13.3 |
| | 21 | C(MSC20)/PSAN(AN/KC10 ₄) | 7.6/85.4/7 | 17.3 |
| | 22 | C(MSC25)/PSAN(AN/KC10 ₄) | 7.6/85.4/7 | 17.1 |
| | 23 | C(MSC30)/PSAN(AN/KC10 ₄) | 7.3/88.7/4 | 22.4 |
| | 24 | C(MSC30)/PSAN(AN/KNO ₃) | 7.2/88.8/4 | 18.1 |
| | 25 | C(MSC30)/PSAN(AN/KNO ₃) | 7.5/85.5/7 | 22.3 |
| | 26 | C(MSC30)/PSAN(AN/KNO ₃) | 7.7/82.3/10 | 22.1 |

【0048】

【発明の効果】本発明は自動車における乗員保護装置としてのエアバッグ用ガス発生剤組成物及びその成型体を提供するものであり、本発明により低毒性かつ危険性が

少なく取り扱いが容易であり、燃焼効率及びガス発生効率に優れて、燃焼時に残渣生成量が少ないガス発生剤組成物及びその成型体が製造可能となった。